


**PRODUCTION OF TITANIUM CARBIDE**

**Patent number:** JP53050099  
**Publication date:** 1978-05-08  
**Inventor:** MORI TADAKI; TSUTSUMI TOORU; OOISHI YOSHIHIDE; KAWAKAMI NOBORU  
**Applicant:** TOYO SODA MFG CO LTD  
**Classification:**  
- **International:** **C01B31/30; C01B31/00;** (IPC1-7): C01B31/30  
- **European:** C01B31/30F  
**Application number:** JP19760124820 19761020  
**Priority number(s):** JP19760124820 19761020

**Also published as:** DE2747016 (A1)**Report a data error here****Abstract of JP53050099**

**PURPOSE:** To obtain high purity titanium carbide with holding the molded shape by molding titanium chloride, a carbonaceous substance, and a reducing agent such as Al in advance and heating the molded product in an inert atmosphere.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

51

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

Int. Cl. 2:

C 01 B 31/30

C 22 C 29/00

DE 27 47 016 A 1

11

# Offenlegungsschrift

27 47 016

21

Aktenzeichen:

P 27 47 016.2

22

Anmeldetag:

19. 10. 77

43

Offenlegungstag:

27. 4. 78

20

Unionspriorität:

32 33 31

20. 10. 76 Japan 124820-76

54

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von Titancarbid

71

Anmelder:

Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd., Shin-nanyo, Yamaguchi (Japan)

74

Vertreter:

Tiedtke, H., Dipl.-Ing.; Bühling, G., Dipl.-Chem.; Kinne, R., Dipl.-Ing.;  
Grupe, P., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte, 8000 München

72

Erfinder:

Mori, Tadaaki, Tokio; Tsutsumi, Hiroshi, Sagamihara, Kanagawa;  
Oishi, Yoshihide, Koganei, Tokio; Kawakami, Noboru, Tokio (Japan)

DE 27 47 016 A 1

10

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Titancarbid, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Titanchlorid mit einer Kohlenstoffquelle und einem Metall, ausgewählt aus Aluminium, Magnesium, Natrium, Calcium und Aluminium-Titan-Legierung, umsetzt, indem man das Gemisch aus den Rohmaterialien Titanchlorid, Kohlenstoffquelle und Metall unter Bildung einer geformten Mischung mit einer Schüttdichte zwischen 1 g/ml und 5 g/ml formt und die Um-

15

20

setzung durch Erhitzen der geformten Mischung in einer Inertatmosphäre durchführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die geformte Mischung der Rohmaterialien in einem Festbett erhitzt.

25

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die geformte Mischung der Rohmaterialien unter Fließbettbedingungen in einer Inertatmosphäre erhitzt.

30

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man Aluminium, Titantrichlorid und die Kohlenstoffquelle vermischt und formt und die geformte Mischung in einem Inertgas erhitzt.

35

XI/17

**809817/0836**

Dresdner Bank (München) Kto. 3639 844

Postscheck (München) Kto. 670-43-804

ORIGINAL INSPECTED

- 1 5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man zum Erhitzen der geformten Mischung eine Temperatur im Bereich zwischen 700°C und 1300°C wählt.

Patentanwälte:  
Dipl.-Ing. H. Tiedtke  
Dipl.-Chem. G. Böhling  
Dipl.-Ing. R. Kinne  
Dipl.-Ing. P. Grupe

Bavariaring 4, Postfach 20 24 03  
8000 München 2  
Tel.: (0 89) 53 96 53  
Telex: 5-24845 tipat  
cable: Germaniapatent München  
19. Oktober 1977  
B 8478/case TS-149

10

Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd.  
Shin-nanyo-shi / Japan

15

**Verfahren zur Herstellung von Titancarbid**

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur  
Herstellung von Titancarbid.

20

Titancarbid wird als Superlegierung und als Roh-  
material zur Herstellung von keramischen Werkzeugen und  
Thermet-Werkzeugen, für die Pulvermetallurgie und die  
Beschichtung von hitzebeständigen Einrichtungen verwendet.

25

Bei der industriellen Arbeitsweise wurde Titancarbid  
durch Reduktion von Titandioxid mit einer Kohlenstoffquelle  
hergestellt. Es war jedoch schwierig, die Beimischung eines  
gewissen Sauerstoffanteils in dem erhaltenen Titancarbid  
30 zu verhindern. Selbst wenn zur Herstellung von Titancarbid  
die Rohmaterialien in stöchiometrischen Mengenverhältnissen  
vermischt wurden, erhielt man Titancarbid mit einem Defizit  
an dem Bestandteil Kohlenstoff. Wenn man mit der Absicht,  
das Defizit an dem Bestandteil Kohlenstoff zu verhindern,  
35 einen Überschuß der Kohlenstoffquelle hinzugab, erhielt

**809817/0838**

XI/17

Dresdner Bank (München) Kto. 3939 844

Postcheck (München) Kto. 670-43-804

- 1 man ein Gemisch aus freiem Kohlenstoff und Titancarbid,  
wobei das Titancarbid wiederum ein Defizit an dem Be-  
standteil Kohlenstoff hatte. Man erhielt durch dieses  
Verfahren kein hochreines Titancarbid. Bekannt ist ein  
5 Verfahren zur Herstellung von Titancarbid durch Umsetzung  
von Kohlenwasserstoff mit gasförmigem Titan-tetrachlorid  
bei hoher Temperatur. Nach dem letztgenannten Verfahren  
erhält man in der Hauptsache Titancarbid für eine Beschich-  
tung, und es eignet sich nicht dazu, Titancarbid-  
10 pulver mit einer gewünschten Form zu erhalten.

- Die Erfinder fanden ein Verfahren, nach dem man  
Titancarbid mit auffallend hoher Reinheit herstellen kann,  
indem man ein unter Atmosphärendruck festes Titanchlorid  
15 wie Titan-dichlorid und Titan-trichlorid mit einer Kohlen-  
stoffquelle und einem Metall wie Aluminium, Magnesium,  
Natrium, Calcium oder Aluminium-Titan-Legierung vermischt  
und die pulverförmige Mischung erhitzt (japanische Patent-  
anmeldungen 70 470/1973, 47 141/1974, 47 665/1974 und  
20 935/1976).

- Eine Aufgabe der Erfindung ist ein Verfahren, nach  
dem auf einfache Weise hochreines Titancarbid mit sehr  
guter Verarbeitbarkeit hergestellt wird.  
25

- Diese Aufgabe und andere Aufgaben der Erfindung  
wurden gelöst, indem man ein Gemisch der Rohmaterialien  
zur Herstellung von Titancarbid, so etwa das Gemisch aus  
dem Titanchlorid, aus der reduzierenden Verbindung wie  
30 z.B. Aluminium und aus der Kohlenstoffquelle, formte und  
die geformte Mischung in einer Inertatmosphäre erhitzte,  
um das Gemisch zur Reaktion zu bringen. Die Aufgaben konn-  
ten auf diese Weise unter Erzielung beachtlicher Ergebnis-  
se erfüllt werden.

35

1           Zur Verwendung im erfindungsgemäßen Verfahren sind  
die Titanchloride geeignet, die bei Normaltemperatur unter  
Atmosphärendruck fest sind, wie z. B. Titandichlorid und  
Titantrichlorid.

5           Als Reduktionsmittel sind die Metalle Aluminium,  
Magnesium, Natrium, Calcium oder Aluminium-Titan-Legierung  
geeignet. Man kann für diesen Zweck ein Metall oder mehrere  
Metalle einsetzen. Wenn die Aluminium-Titan-Legierung eine  
10 Zusammensetzung mit einem hohen Titangehalt hat, ist es  
schwierig, die Legierung zu pulverisieren, und es ergibt  
sich der Nachteil, daß die Reaktionsgeschwindigkeit der  
Carbidbildung niedriger ist.

15           Die Aluminium-Titan-Legierung hat geeigneterweise  
folgende Zusammensetzung: 62 % bis 80 % Ti und 38 % bis  
20 % Al.

20           Als Kohlenstoffquelle in dem erfindungsgemäßen Ver-  
fahren können Carbon-Black, Graphit usw. eingesetzt werden.

25           Im erfindungsgemäßen Verfahren können das Titan-  
chlorid, das als Reduktionsmittel dienende Metall und die  
Kohlenstoffquelle in stöchiometrischen Mengenverhältnissen  
eingesetzt werden. Diese Rohmaterialien werden vorzugsweise  
im Reaktionssystem unter einer Inertatmosphäre bei Atmos-  
phärendruck vermischt.

30           Das Hauptkennzeichen des erfindungsgemäßen Verfahrens  
ist, daß man ein Gemisch der Rohmaterialien formt und dann  
die geformte Mischung zur Reaktion bringt.

35           Bei der Formung des Gemischs der Rohmaterialien  
wendet man einen Preßdruck an, durch den der geformten  
Mischung eine zu ihrer Handhabung genügend hohe Festigkeit

- 1 verliehen wird. Wenn der bei der Formung angewandte Preß-  
druck höher ist, steigt die Schüttdichte der geformten  
Mischung an. Bei Verwendung einer geformten Mischung mit  
5 hoher Schüttdichte erhöht sich vorteilhafterweise die  
Menge der geformten Mischung pro Einheitsvolumen des Reak-  
tors, und das Wachstum der Kristalle, die sich im Fall der  
Sinterung des Titancarbids bilden, kann verbessert werden.  
Aus der Röntgenbeugung des Sinterprodukts geht deutlich  
hervor, daß es im Vergleich mit dem Produkt, das ohne  
10 Formung der Rohmaterialien hergestellt wurde, eine relativ  
höhere Festigkeit hat, was daran liegen kann, daß die  
Sinterwirkung stärker ausgeprägt ist.

- Der Preßdruck zur Formung der Rohmaterialien liegt  
15 im allgemeinen zwischen  $0,2 \text{ t/cm}^2$  und  $10 \text{ t/cm}^2$ , vorzugs-  
weise zwischen  $0,5 \text{ t/cm}^2$  und  $4 \text{ t/cm}^2$ . Die Schüttdichte  
der geformten Mischung liegt im allgemeinen zwischen  $1 \text{ g/ml}$   
und  $5 \text{ g/ml}$ , vorzugsweise zwischen  $1,5 \text{ g/ml}$  und  $3 \text{ g/ml}$ .  
Das Verhältnis der Schüttdichte der geformten Mischung zu  
20 der höchsten Schüttdichte der gleichen Mischung, die mit  
dem äußersten Druck zusammengepreßt wurde, kann als relative  
Schüttdichte betrachtet werden. Die relative Schüttdichte  
der geformten Mischung liegt im allgemeinen zwischen  $1,0$   
und  $0,25$ , vorzugsweise zwischen  $0,98$  und  $0,5$ , insbesondere  
25 zwischen  $0,95$  und  $0,6$ .

- Wenn die Schüttdichte oder die relative Schüttdichte  
der geformten Mischung zu niedrig ist, hat die geformte  
Mischung eine niedrigere mechanische Festigkeit und zer-  
30 krümelt deshalb bei der Verarbeitung. Wenn man die Reaktion  
unter Verwendung der geformten Mischung mit niedriger  
Schüttdichte durchführt, zerkrümelt die geformte Mischung.  
Das Produkt wird weniger rein, und es wird auch in einer  
niedrigeren Ausbeute erhalten. Wenn die Schüttdichte oder  
35 die relative Schüttdichte der geformten Mischung zu hoch



1 ist, ist die Diffusion der Nebenprodukte bei der Reaktion  
nicht ausreichend, wodurch sich der Gehalt an den Neben-  
produkten im Produkt erhöhen kann, bevor man das Produkt  
hitzebehandelt, um die Titancarbidkristalle wachsen zu  
5 lassen. Die meisten Nebenprodukte können durch die Hitze-  
behandlung entfernt werden. Wenn man eine geformte Mischung  
mit der vorstehend beschriebenen Schüttdichte einsetzt,  
erhält man das Produkt in einer Reinheit und mit einer  
Ausbeute, die in bemerkenswerter Weise hervorragend sind.

10

Der Arbeitsgang des Formens wird vorzugsweise in  
einem Inertgas wie z. B. Argon, Stickstoff oder Kohlen-  
dioxidgas durchgeführt. Die Gestalt und die Größe der  
geformten Mischung sind nicht entscheidend. Die geformte  
15 Mischung kann die Form von Pellets, Körnchen, Blöcken und  
Kugeln haben.

Die Größe der Mischungsformkörper wird im Hinblick  
auf die Größe und die Gestalt des Reaktors festgelegt. Im  
20 allgemeinen liegen der Durchmesser und/oder die Dicke der  
Mischungsformkörper im Bereich von 0,5 mm bis 200 mm. Die  
Reaktion kann chargenweise oder in einem kontinuierlichen  
System durchgeführt werden. Wenn die geformte Mischung aus  
relativ großen Körpern besteht, zieht man insbesondere das  
25 Chargensystem oder das halbkontinuierliche System vor.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in einem Fließ-  
bettsystem durchgeführt werden. In diesem Fall ist die  
Größe der geformten Mischung nicht entscheidend.

30

Die Reaktion wird durchgeführt, indem man die geformte  
Mischung mittels eines Inertgases fluidisiert. Das Inertgas  
kann in den Kreislauf zurückgeführt werden. Daher können  
die Nebenprodukte leicht abgetrennt und mit dem im Kreis-  
35 lauf geführten Gas aus dem Reaktionssystem entfernt werden.

1     Außerdem kann dadurch die Menge der geformten Mischung  
pro Volumeneinheit des Reaktors in vorteilhafter Weise  
erhöht werden. Bei Durchführung der Reaktion im Festbett-  
system kann man ähnliche Ergebnisse durch Rückführung des  
5     Inertgases in den Kreislauf erzielen.

Die Reaktion wird durchgeführt, indem man die ge-  
formte Mischung in einer Inertgasatmosphäre wie z. B. in  
Argon und Helium oder im Vakuum erhitzt. Die Temperatur  
10    für die Erhitzungsstufe ist höher als die Temperatur, die  
dazu benötigt wird, um die Reaktion der Rohmaterialien  
in der geformten Mischung in Gang zu bringen. Wenn die  
Reaktion bei einer zu hohen Temperatur durchgeführt wird,  
ergibt sich in unvorteilhafter Weise ein Verlust an Wärme-  
15    energie und ein Verlust an Rohmaterial durch Verdampfung.  
Die Temperatur liegt deshalb vorzugsweise in dem Tempera-  
turbereich, der benötigt wird, um die Reaktion in der  
geformten Mischung in Gang zu bringen, d. h. zwischen 700°C  
und 1300°C.

20

Das Reaktionsprodukt wird im allgemeinen nach bekann-  
ten Verfahren weiter hitzebehandelt, um ein Wachstum der  
Titancarbidkristalle zu erreichen. Das hitzebehandelte  
Titancarbid wird weiter durch Verfahrensschritte wie  
25    Pulverisieren, Waschen, Trocknen usw. behandelt, um das  
Produkt herzustellen.

Die Gestalt der geformten Mischung bleibt im erfin-  
dungsgemäßen Verfahren nach der Reaktion im wesentlichen  
30    erhalten. Das erfindungsgemäß hitzebehandelte Produkt  
kann deshalb ohne weitere Verarbeitung verwendet werden,  
während , wenn man in der Reaktion die pulverförmige  
Mischung einsetzt, ohne sie geformt zu haben, das bei der  
Hitzebehandlung zwecks Wachsenlassens der Titancarbid-  
35    kristalle umgesetzte Produkt geformt werden muß.

1        Wenn man zur Reaktion die Rohmaterialien in der  
Pulverform einsetzt, werden die Rohmaterialien zerstreut  
und durch das als Nebenprodukt entstehende Metallchlorid  
(z. B. im Fall der Verwendung von Aluminium als Reduktions-  
5        mittel durch Aluminiumchlorid) mitgerissen, und die Aus-  
beute wird verringert.

      Wenn man erfindungsgemäß für die Reaktion die geform-  
te Mischung der Rohmaterialien einsetzt, werden die Roh-  
10        materialien nicht zerstreut, und die Ausbeute und die Rein-  
heit des Produkts Titancarbid sind höher als bei dem Pro-  
dukt, das man erhält, wenn man das pulverförmige Gemisch  
umsetzt, ohne es geformt zu haben. Durch die Formung des  
Gemischs der Rohmaterialien erhöht sich die Schüttdichte,  
15        wodurch die Menge der behandelten Materialien pro Volumen-  
einheit des Reaktors erhöht wird. Die Umsetzung der in  
einer Inertatmosphäre gehaltenen, geformten Mischung zur  
Durchführung der Bildungsreaktion von Titancarbid ist in  
bemerkenswerter Weise vorteilhaft.

20

      Das erfindungsgemäße Verfahren wird im folgenden  
durch Beispiele näher erläutert.

#### Beispiel 1

25

      In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden  
900 g Titantrichlorid (mit einem Gehalt von 22,4 % Alu-  
miniumtrichlorid), 121,7 g Aluminium und 51,09 g Kohlen-  
stoff vermischt. Das Gemisch wurde in eine Form gefüllt  
30        und unter einem Druck von 2 t/cm<sup>2</sup> geformt. Die geformte  
Mischung wurde in einen Kohlenstofftiegel (24 cm.10 cm.  
8 cm) gefüllt, der an ein Reaktionssystem angeschlossen  
und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang  
unter strömendem Argon bei 1000°C durchgeführt. Die Mi-  
35        schungsformkörper hatten in diesem Fall einen Durchmesser

- 1 von 30 mm, eine Dicke von 30 mm und eine Schüttdichte von 2,6 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang im Vakuum weiter auf 1500°C erhitzt.
- 5 Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien ohne Formung vermischt. Die Reaktion wurde unter den gleichen Bedingungen durchgeführt, und das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt.
- 10 Die Ergebnisse werden in Tabelle 1 gezeigt. Wenn man die Rohmaterialien vor der Umsetzung formte, war die Ausbeute höher, und man erhielt das Titancarbid mit einem höheren Gehalt an gebundenem Kohlenstoff und einem geringeren Gehalt an Sauerstoff als bei dem Vergleichsbeispiel, bei
- 15 dem die pulverförmige Mischung umgesetzt wurde. Die in der Tabelle angegebenen Daten wurden durch chemische Analyse gefunden.

Tabelle 1

20

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	90	97
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,90	20,10
freier Kohlenstoff (%)	0,15	0,10
gebundener Kohlenstoff (%)	19,75	20,00
Sauerstoff (%)	0,10	0,07
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

809817/0836

1        Beispiel 2

In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden  
 664,9 g Titantrichlorid (mit einem Gehalt von 22,6 % Alumi-  
 5 niumtrichlorid), 246,3 g Titan-Aluminium-Legierung (TiAl) und  
 80 g Kohlenstoff vermischt, und das Gemisch wurde in eine  
 Form gefüllt und unter einem Druck von 2 t/cm<sup>2</sup> geformt. Die  
 geformte Mischung wurde in einen Kohlenstofftiegel wie in  
 Beispiel 1 beschrieben gefüllt, der an ein Reaktionssystem  
 10 angeschlossen war und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion  
 wurde 1 h lang bei 1000°C unter strömendem Argon durchgeführt.  
 In diesem Fall hatten die Mischungsformkörper einen Durchmesser  
 von 30 mm, eine Dicke von 30 mm und eine Schüttdichte von  
 2,4 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde im Vakuum 1 h lang  
 15 weiter auf 1500°C erhitzt.

Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien  
 ohne Formung vermischt, und die Reaktion wurde unter den  
 gleichen Bedingungen durchgeführt. Das Reaktionsprodukt wurde  
 20 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt.

Die Ergebnisse werden in Tabelle 2 gezeigt. Wenn die  
 Rohmaterialien vor der Umsetzung geformt wurden, war die Aus-  
 beute höher als im Fall der Umsetzung der pulverförmigen  
 25 Mischung.

Tabelle 2

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	92	96
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,80	20,00
freier Kohlenstoff (%)	0,24	0,15
gebundener Kohlenstoff (%)	19,56	19,85
Sauerstoff (%)	0,20	0,10
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

1      Beispiel 3

5      In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden  
 299 g Titantrichlorid (mit einem Gehalt von 22,6 % Alumi-  
 10      umtrichlorid), 54,7 g Magnesium und 18 g Kohlenstoff ver-  
 mischt. Die Mischung wurde in eine Form mit einem Durch-  
 messer von 30 mm gefüllt und unter einem Druck von 4 t/cm<sup>2</sup>  
 geformt. Die geformte Mischung wurde in einen Kohlenstoff-  
 tiegel gefüllt, der an ein Reaktionssystem angeschlossen  
 15      war und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang  
 bei 1000°C unter strömendem Argon durchgeführt. In diesem  
 Fall hatte die geformte Mischung eine Schüttdichte von  
 2,5 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde mit Wasser gewaschen,  
 getrocknet und dann 1 h lang im Vakuum weiter auf 1500°C  
 20      erhitzt.

Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien  
 ohne Formung vermischt, und die Reaktion wurde unter den  
 gleichen Bedingungen durchgeführt. Das Reaktionsprodukt  
 20      wurde 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt.

Die Ergebnisse werden in Tabelle 3 gezeigt.

25      Wenn die Rohmaterialien vor der Umsetzung geformt  
 wurden, waren die Ausbeute und die Reinheit höher als in  
 dem Falle der Umsetzung der pulverförmigen Mischung.

Tabelle 3

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	90	95
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	20,00	20,10
freier Kohlenstoff (%)	0,15	0,10
gebundener Kohlenstoff (%)	19,85	20,00
Sauerstoff (%)	0,15	0,07
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

809817/0838

1      Beispiel 4

5      In einer mit Argon gespülten Handschuh-Box wurden  
 892 g Titandichlorid, 135 g Aluminium und 90 g Kohlenstoff  
 vermischt. Die Mischung wurde in eine Form mit einem Durch-  
 messer von 50 mm gefüllt und unter einem Druck von 4 t/cm<sup>2</sup>  
 geformt. Die geformte Mischung wurde in einen Kohlenstoff-  
 tiegel gefüllt, der mit einem Reaktionssystem verbunden  
 war und mit Argon gespült wurde. Die Reaktion wurde 1 h lang  
 10      unter strömendem Argon bei 1000°C durchgeführt. In diesem  
 Fall hatte die geformte Mischung eine Schüttdichte von  
 2,4 g/ml. Das Reaktionsprodukt wurde 1 h lang im Vakuum  
 weiter auf 1500°C erhitzt.

15      Zum Vergleich wurden die pulverförmigen Rohmaterialien  
 ohne Formung vermischt, und die Reaktion wurde unter den  
 gleichen Bedingungen durchgeführt. Das Reaktionsprodukt  
 wurde 1 h lang weiter auf 1500°C erhitzt. Wenn die Roh-  
 materialien vor der Umsetzung geformt wurden, war die Aus-  
 20      beute höher als in dem Fall der Umsetzung der pulverförmigen  
 Mischung. Die Ergebnisse werden in Tabelle 4 gezeigt.

Tabelle 4

Form der Rohmaterialien	Pulver	Geformtes Produkt
Ausbeute (%)	91	97
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,90	20,00
freier Kohlenstoff (%)	0,05	0,05
gebundener Kohlenstoff (%)	19,85	19,95
Sauerstoff (%)	0,10	0,05
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >

1 Beispiel 5

Ein Gemisch der Rohmaterialien wie in Beispiel 1 beschrieben wurde unter Bildung von Mischungsformkörpern, die einen Durchmesser von 5 mm, eine Dicke von 5 mm und eine Schüttdichte von 2,0 g/ml hatten, geformt. 450 g der geformten Mischung wurden in einen Fließbettreaktor gefüllt, der einen Innendurchmesser von 50 mm und eine Höhe von 1000 mm hatte und der mit einer perforierten Platte ausgestattet war, die viele Poren (1 mm $\varnothing$ ) enthielt. Um Fließbettbedingungen aufrechtzuerhalten, wurde vom Reaktorboden her Argongas mit einer Geschwindigkeit von 10 l/min bis 20 l/min zugeführt, und der Innenraum des Reaktors wurde auf 1000°C erhitzt. Das Argongas wurde aus dem Reaktordeckel ausströmen gelassen und in den Kreislauf zurückgeführt, wobei das als Nebenprodukt entstehende Aluminiumchlorid außerhalb des Reaktors im Kreislaufführungssystem gesammelt und abgetrennt wurde. Nach einstündiger Reaktion wurde das Reaktionsprodukt 1 h lang auf 1500°C erhitzt.

Die Ergebnisse der Analyse des Reaktionsprodukts werden in Tabelle 5 gezeigt.

Tabelle 5

Ausbeute (%)	97
<u>Chemische Analyse</u>	
Kohlenstoff insgesamt (%)	20,01
freier Kohlenstoff (%)	0,07
gebundener Kohlenstoff (%)	19,94
Sauerstoff (%)	0,10
Eisenanteil (%)	0,05>



1        Beispiel 6

Die Reaktion und die Hitzebehandlung wurden wie in  
Beispiel 1 beschrieben durchgeführt, doch wurde das unter  
5 einem Druck von 0,2 t/cm<sup>2</sup> komprimierte geformte Gemisch  
eingesetzt.

Die Schüttdichte des geformten Gemischs betrug  
1,2 g/ml.

10

Die Ergebnisse werden in Tabelle 6 gezeigt.

Tabelle 6

15	Form der Rohmaterialien	Geformte Mischung
	Ausbeute (%)	94
	<u>Chemische Analyse</u>	
	Kohlenstoff insgesamt (%)	19,85
20	freier Kohlenstoff (%)	0,15
	gebundener Kohlenstoff (%)	19,70
	Sauerstoff (%)	0,10
	Eisenanteil (%)	0,05 >

25

Beispiel 7

Die Reaktion und die Hitzebehandlung wurden wie in  
Beispiel 1 beschrieben durchgeführt, doch wurde die unter  
30 einem Druck von 10 t/cm<sup>2</sup> oder 2 t/cm<sup>2</sup> geformte Mischung ein-  
gesetzt. Die Schüttdichte der geformten Mischungen betrug  
4 g/ml bzw. 2,6 g/ml.

Die beiden vorstehend beschriebenen, geformten  
35 Mischungen enthielten folgende Mengen an Aluminium- und  
Chlorbestandteilen:

809817/0836

Tabelle 7

Kompressionsdruck (t/cm <sup>2</sup> )	10	2
Schüttdichte (g/ml)	4	2,6
Aluminiumgehalt (%)	2,3	0,3
Chlorgehalt (%)	5,2	0,1

Nach der Umsetzung und der Hitzebehandlung ergaben sich folgende Werte der chemischen Analyse und folgende Ausbeuten der Produkte:

Tabelle 8

Kompressionsdruck (t/cm <sup>2</sup> )	10	2
Schüttdichte (g/ml)	4	2,6
Ausbeute (%)	95	97
<u>Chemische Analyse</u>		
Kohlenstoff insgesamt (%)	19,90	20,10
freier Kohlenstoff (%)	0,15	0,10
gebundener Kohlenstoff (%)	19,75	20,00
Sauerstoff (%)	0,10	0,07
Eisenanteil (%)	0,05 >	0,05 >